

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number :

2001-271101

(43)Date of publication of application :

02.10.2001

---

(51)Int.Cl.

B22F 3/11

B22F 3/02

B22F 3/10

C04B 38/06

C22C 1/08

F16C 33/12

F16C 33/14

---

(21)Application number : 2000-084878

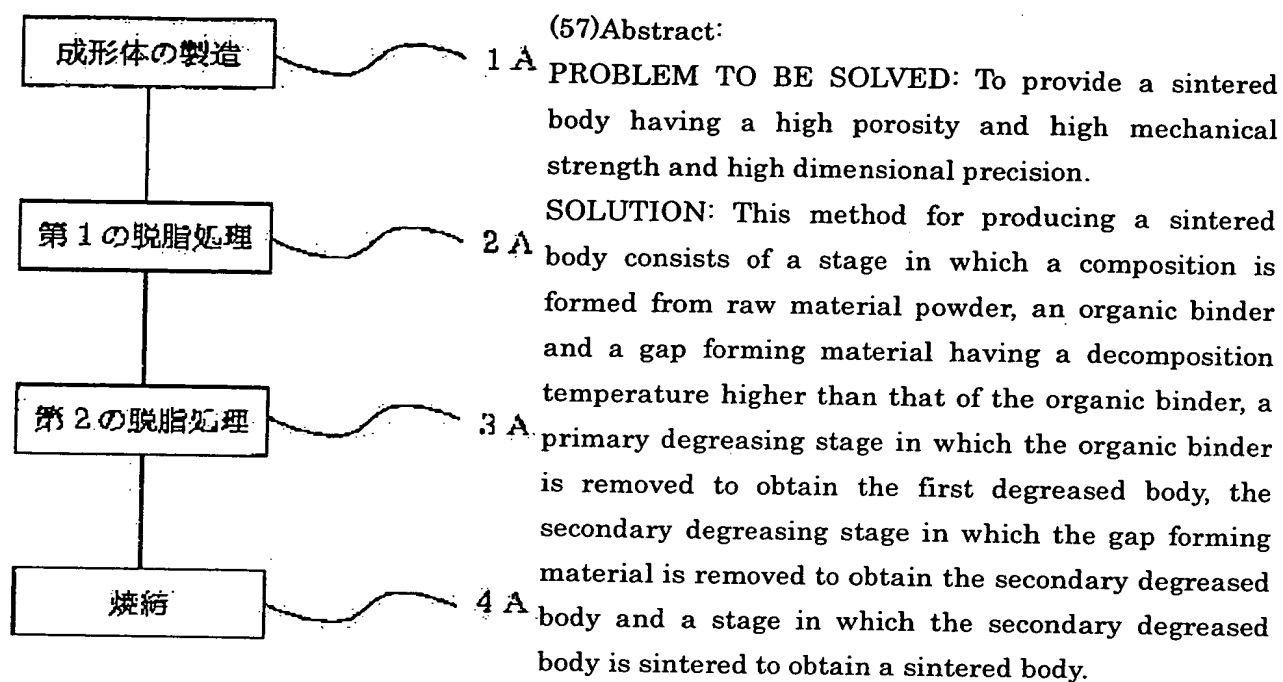
(71)Applicant : INJEX CORP

(22)Date of filing : 24.03.2000

(72)Inventor : HAYASHI JUNICHI  
ITO MASAYUKI

---

(54) METHOD FOR PRODUCING SINTERED BODY AND SINTERED BODY



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-271101

(P2001-271101A)

(43) 公開日 平成13年10月2日 (2001. 10. 2)

(51) Int. Cl.	識別記号	F I	キーワード (参考)
B 2 2 F 3/11		B 2 2 F 3/11	B 3 J 0 1 1
3/02		3/02	S 4 K 0 1 8
3/10		3/10	M
C 0 4 B 38/06		C 0 4 B 38/06	C
			J

審査請求 未請求 請求項の数12 O L (全 8 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2000-84878(P2000-84878)

(22) 出願日 平成12年3月24日 (2000. 3. 24)

(71) 出願人 594017374

株式会社インジェックス

長野県諏訪市湖岸通り1丁目18番12号

(72) 発明者 林 純一

長野県諏訪市湖岸通り一丁目18番12号 株

式会社インジェックス内

(72) 発明者 伊藤 雅之

長野県諏訪市湖岸通り一丁目18番12号 株

式会社インジェックス内

(74) 代理人 100095728

弁理士 上柳 雅登 (外1名)

Fターム(参考) 3J011 DA02 LA01 RA03 SB19

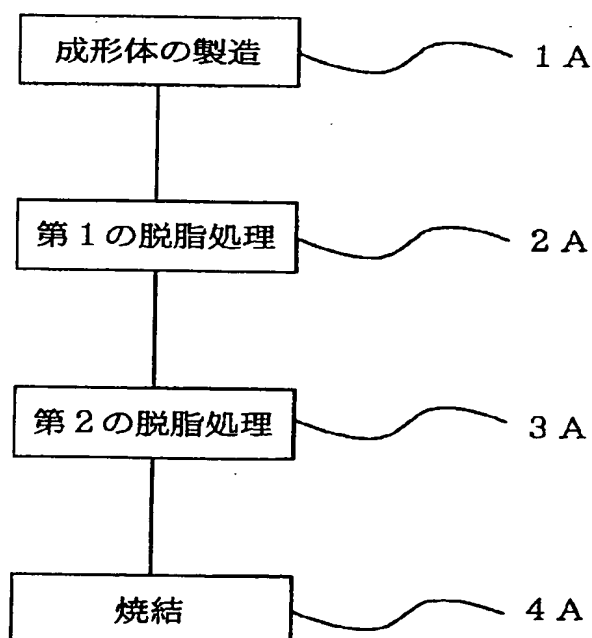
4K018 BB04 CA08 CA30 DA03 KA22

(54) 【発明の名称】 焼結体の製造方法および焼結体

## (57) 【要約】

【課題】 高空孔率、高機械的強度で、寸法精度の高い焼結体を提供することにある。

【解決手段】 本発明の焼結体の製造方法は、原料粉末と、有機バインダーと、前記有機バインダーの分解開始温度より高い分解開始温度を有する空隙形成材とを含む組成物を用いて成形体を成形する工程と、前記有機バインダーを除去し、第1の脱脂体を得る第1の脱脂工程と、前記空隙形成材を除去し、第2の脱脂体を得る第2の脱脂工程と、前記第2の脱脂体を焼結して焼結体を得る工程とを有する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 原料粉末と、有機バインダーと、前記有機バインダーの分解開始温度より高い分解開始温度を有する空隙形成材とを含む組成物を用いて成形体を成形する工程と、

前記有機バインダーを除去し、第1の脱脂体を得る第1の脱脂工程と、

前記空隙形成材を除去し、第2の脱脂体を得る第2の脱脂工程と、

前記第2の脱脂体を焼結して焼結体を得る工程とを有することを特徴とする焼結体の製造方法。

【請求項2】 前記組成物中における前記空隙形成材の含有量は、1～20wt%である請求項1に記載の焼結体の製造方法。

【請求項3】 前記組成物中における前記空隙形成材の形状は、粒状である請求項1または2に記載の焼結体の製造方法。

【請求項4】 前記組成物中における前記空隙形成材の平均粒径は、50～150 $\mu$ mである請求項3に記載の焼結体の製造方法。

【請求項5】 前記空隙形成材の分解開始温度は、350～650℃である請求項1ないし4のいずれかに記載の焼結体の製造方法。

【請求項6】 前記有機バインダーの分解開始温度を $T_1$ ℃、前記空隙形成材の分解開始温度を $T_2$ ℃としたとき、 $0.2 \leq T_1/T_2 \leq 0.8$ の関係を満足する請求項1ないし5のいずれかに記載の焼結体の製造方法。

【請求項7】 前記原料粉末は、金属粉末である請求項1ないし6のいずれかに記載の焼結体の製造方法。

【請求項8】 前記組成物中における前記金属粉末の含有量は、50～96wt%である請求項7に記載の焼結体の製造方法。

【請求項9】 前記組成物中における前記金属粉末の平均粒径は、1～100 $\mu$ mである請求項7または8に記載の焼結体の製造方法。

【請求項10】 前記焼結体の製造は、射出成形により行われる請求項1ないし9のいずれかに記載の焼結体の製造方法。

【請求項11】 請求項1ないし10のいずれかに記載の焼結体の製造方法により製造されたことを特徴とする焼結体。

【請求項12】 前記焼結体の空孔率は、10～50vol%である請求項11に記載の焼結体。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、焼結体の製造方法および焼結体に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 内部に比較的多くの空孔を有する多孔質の焼結体を用いた製品として、例えば含油軸受けがあ

る。

【0003】 このような焼結体の製造方法としては、圧粉焼結法等が知られている。このような空孔率の高い焼結体を製造する場合、圧粉焼結法では、焼結温度を比較的低温に設定し、焼結を途中で止めることにより行っていた。

【0004】 しかし、このような方法では、焼結を途中で止めるため、焼結炉内部の位置における温度のバラツキ等の影響により、得られる焼結体の焼結密度のバラツキや寸法のバラツキが大きくなる。また、粉末間での拡散が十分に進行しないため、得られる焼結体の機械的強度は低かった。特に、肉厚差が大きい成形体の場合、得られる焼結体に変形が生じ易く、クラック等の焼結欠陥を生じ易かった。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】 本発明の目的は、高空孔率で、寸法精度が高く機械的強度も高い焼結体を得ることができる焼結体の製造方法および焼結体を提供することにある。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】 このような目的は、下記(1)～(12)の本発明により達成される。

【0007】 (1) 原料粉末と、有機バインダーと、前記有機バインダーの分解開始温度より高い分解開始温度を有する空隙形成材とを含む組成物を用いて成形体を成形する工程と、前記有機バインダーを除去し、第1の脱脂体を得る第1の脱脂工程と、前記空隙形成材を除去し、第2の脱脂体を得る第2の脱脂工程と、前記第2の脱脂体を焼結して焼結体を得る工程とを有することを特徴とする焼結体の製造方法。

【0008】 (2) 前記組成物中における前記空隙形成材の含有量は、1～20wt%である上記(1)に記載の焼結体の製造方法。

【0009】 (3) 前記組成物中における前記空隙形成材の形状は、粒状である上記(1)または(2)に記載の焼結体の製造方法。

【0010】 (4) 前記組成物中における前記空隙形成材の平均粒径は、50～150 $\mu$ mである上記(3)に記載の焼結体の製造方法。

【0011】 (5) 前記空隙形成材の分解開始温度は、350～650℃である上記(1)ないし(4)のいずれかに記載の焼結体の製造方法。

【0012】 (6) 前記有機バインダーの分解開始温度を $T_1$ ℃、前記空隙形成材の分解開始温度を $T_2$ ℃としたとき、 $0.2 \leq T_1/T_2 \leq 0.8$ の関係を満足する上記(1)ないし(5)のいずれかに記載の焼結体の製造方法。

【0013】 (7) 前記原料粉末は、金属粉末である上記(1)ないし(6)のいずれかに記載の焼結体の製造方法。

【0014】(8) 前記組成物中における前記金属粉末の含有量は、50～96wt%である上記(7)に記載の焼結体の製造方法。

【0015】(9) 前記組成物中における前記金属粉末の平均粒径は、1～100 $\mu$ mである上記(7)または(8)に記載の焼結体の製造方法。

【0016】(10) 前記焼結体の製造は、射出成形により行われる上記(1)ないし(9)のいずれかに記載の焼結体の製造方法。

【0017】(11) 上記(1)ないし(10)のいずれかに記載の焼結体の製造方法により製造されたことを特徴とする焼結体。

【0018】(12) 前記焼結体の空孔率は、10～50vol%である上記(11)に記載の焼結体。

【0019】

【発明の実施の形態】以下、本発明の焼結体の製造方法について、詳細に説明する。

【0020】図1は、本発明の焼結体の製造方法の第1実施形態を示す工程図、図2～図5は、それぞれ、各工程における成形体等の断面構造(内部金属組織)を示す模式図である。

【0021】以下、焼結体の製造方法の第1実施形態について、各図を参照しつつ説明する。

【0022】[1A]成形体の製造

製造する焼結体に対応する形状の成形体を製造する。成形体の製造方法は、特に限定されず、例えば、圧縮成形(圧粉成形)、押出成形、射出成形等が挙げられるが、特に、原料粉末が金属粉末である場合、金属射出成形(MIM: Metal Injection Molding)法が好ましい。

【0023】このMIM法は、比較的小型のものや、複雑で微細な形状の焼結体を製造することができ、用いる金属粉末の特性を十分に生かすことができるという利点を有するので、本発明を適用する上でその効果が有効に発揮され、好ましい。以下、MIM法による組成物の調製および成形体の製造について説明する。

【0024】まず、原料粉末である金属粉末と、有機バインダーと、前記有機バインダーの分解開始温度より高い分解開始温度を有する空隙形成材とを用意し、これらを混練機により混練し、混練物(コンパウンド)を得る。この組成物中では、金属粉末、空隙形成材が均一に分散している。

【0025】金属粉末、有機バインダー、および空隙形成材は、互いに化学反応しないものであるのが好ましい。

【0026】金属粉末を構成する金属材料(以下単に「金属材料」と言う)としては、特に限定されず、例えば、Fe、Ni、Co、Cr、Mn、Zn、Pt、Au、Ag、Cu、Pd、Al、W、Ti、V、Mo、Nb、Zr等のうちの少なくとも1種、あるいはこれらのうちの少なくとも1種を含む(主とする)合金が挙げら

れる。

【0027】また、組成の異なる2種類以上の金属粉末を混合して用いてもよい。これにより、従来、鑄造では、製造できなかった合金組成のものも可能となる。また、新規的な機能や多機能を有する焼結体が容易に製造でき、焼結体の機能・用途の拡大を図ることができる。

【0028】また、金属粉末の平均粒径は、特に限定されないが、1～100 $\mu$ mであるのが好ましく、3～80 $\mu$ mであるのがより好ましく、3～50 $\mu$ mであるのがさらに好ましい。平均粒径が上限値を超えると、混練時、射出成形時における混練物の流動性が低くなり、操作性が低下する場合がある。一方、平均粒径が下限値未満であると、混練物の流動性を確保するのに必要な有機バインダーの量が増え、脱脂、焼結時に変形し易く寸法安定性が低下する可能性がある。また、粉末の活性が高くなるため、発火等の危険性が高くなる場合もある。

【0029】また、金属粉末の含有量は、混練物全体の50～96wt%であるのが好ましく、53～94wt%であるのがより好ましい。含有量が上限値を超えると、有機バインダーと空隙形成材の配合比等によっては、混練物の流動性が低下したり、得られる焼結体の空孔率が低下する場合がある。一方、含有量が下限値未満であると、得られる焼結体の機械的強度、寸法安定性が低下する可能性がある。

【0030】なお、金属粉末の製造方法は、特に限定されず、例えば、水またはガスアトマイズ法、還元法、カルボニル法、粉砕法により製造されたものを用いることができるが、アトマイズ法が好ましい。

【0031】この原料粉末は、金属粉末の他、セラミックス粉末等であってもよい。セラミックス粉末を構成するセラミックス材料(以下単に「セラミックス材料」と言う)としては、特に限定されず、例えば、アルミナ、ジルコニア、窒化ケイ素、炭化ケイ素、窒化アルミニウム、チタニア等が挙げられる。

【0032】また、セラミックス粉末の平均粒径、含有量は、特に限定されず、例えば、平均粒径は0.1～5 $\mu$ m、含有量は、50～85wt%とすることができる。

【0033】有機バインダーは、後述する空隙形成材より低い分解開始温度を有している。有機バインダーの分解開始温度は、空隙形成材の分解開始温度等によって異なるが、100～500℃であるのが好ましく、120～450℃であるのがより好ましく、150～400℃であるのがさらに好ましい。分解開始温度が下限値未満であると、混練時あるいは射出成形時に有機バインダーの一部が分解する場合があり、成形安定性が低下する可能性がある。一方、分解開始温度が上限値を超えると、空隙形成材の分解開始温度等によっては、後述する第1の脱脂処理において除去される空隙形成材が増え、得られる焼結体の空孔率が低下する可能性がある。

【0034】このような有機バインダーとしては、例え

ば、ポリエチレン、ポリプロピレン、エチレン-酢酸ビニル共重合体等のポリオレフィン、ポリメチルメタクリレート、ポリブチルメタクリレート等のアクリル系樹脂、ポリスチレン等のスチレン系樹脂、ポリ塩化ビニル、ポリ塩化ビニリデン、ポリアミド、ポリエステル、ポリエーテル、ポリビニルアルコール、またはこれらの共重合体等の各種樹脂や、各種ワックス、パラフィン、高級脂肪酸（例：ステアリン酸）、高級アルコール、高級脂肪酸エステル、高級脂肪酸アミド等が挙げられ、これらのうち1種または2種以上を混合して用いることができる。

【0035】また、有機バインダーの含有量は、混練物全体の3～30wt%であるのが好ましく、5～25wt%であるのがより好ましい。含有量が下限値未満であると、混練時、射出成形時における混練物の流動性が低くなり、操作性が低下する場合がある。一方、含有量が上限値を超えると、得られる焼結体の機械的強度、寸法安定性が低下する可能性がある。

【0036】空隙形成材は、有機バインダーの分解開始温度より高い分解開始温度を有している。また、それに応じて、空隙形成材の軟化点は、有機バインダーの軟化点より高い。

【0037】そのため、空隙形成材は、後述する混練時において軟化せず、第1の脱脂処理においてほとんど除去されない。

【0038】空隙形成材の軟化点は、有機バインダーの軟化点等によって異なるが、150～340℃であるのが好ましく、180～320℃であるのがより好ましく、200～300℃であるのがさらに好ましい。軟化点が下限値未満であると、有機バインダーの軟化点によっては、混練時、射出成形時において、空隙形成材が軟化する可能性がある。一方、軟化点が上限値を超えると、分解開始温度も相当に高くなり、後述する第2の脱脂処理に要するエネルギーが大きくなる場合がある。また、焼結体中の炭化物の増加や残留炭素量の増加を起し、焼結体の機械的特性の低下や焼結体の部分的な溶解を起す可能性がある。

【0039】また、空隙形成材の分解開始温度は、有機バインダーの分解開始温度等によって異なるが、350～650℃であるのが好ましく、380～630℃であるのがより好ましく、400～600℃であるのがさらに好ましい。分解開始温度が下限値未満であると、有機バインダーの分解開始温度等によっては、後述する第1の脱脂処理において除去される空隙形成材の割合が大きくなる可能性がある。一方、分解開始温度が上限値を超えると、後述する第2の脱脂処理に要するエネルギーが大きくなる場合がある。また、焼結体中の炭化物の増加や残留炭素量の増加を起し、焼結体の機械的特性の低下や焼結体の部分的な溶解を起す可能性がある。

【0040】このような空隙形成材としては、例えば、

ポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート等のポリエステル、ポリメチルメタクリレート、ポリブチルメタクリレート等のアクリル系樹脂、ポリフェニレンスルフィド、ポリイミド、ポリカーボネート、ポリアセタール、ポリエーテルスルホン、ポリエーテルエーテルケトン、液晶ポリマー等の各種樹脂が挙げられ、これらのうち1種または2種以上を混合して用いることができる。

【0041】また、有機バインダーの分解開始温度を $T_1$ ℃、空隙形成材の分解開始温度を $T_2$ ℃としたとき、下記式(I)を満足するのが好ましい。

$$0.2 \leq T_1/T_2 \leq 0.8 \dots (I)$$

また、式(I)に代わり、式(II)を満足するのがより好ましく、式(III)を満足するのがさらに好ましい。

$$0.25 \leq T_1/T_2 \leq 0.75 \dots (II)$$

$$0.3 \leq T_1/T_2 \leq 0.7 \dots (III)$$

$T_1/T_2$ の値が前記式中の上限値を超えると、後述する第1の脱脂過程において除去される空隙形成材の割合が多くなる場合がある。一方、 $T_1/T_2$ の値が前記式中の下限値未満であると、有機バインダーと空隙形成材の組み合わせによって、混練時あるいは射出成形時に有機バインダーの一部が分解したり、あるいは、後述する第2の脱脂処理に要するエネルギーが大きくなる場合がある。

【0042】空隙形成材の含有量は、混練物全体の1～20wt%であるのが好ましく、2～18wt%であるのがより好ましい。含有量が下限値未満であると、得られる焼結体の空孔率が低下する場合がある。一方、含有量が上限値を超えると、得られる焼結体の機械的強度が低下する場合がある。

【0043】空隙形成材の形状は、特に限定されないが、例えば、棒状、繊維状、粒状等が挙げられ、粒状であるのが好ましい。

【0044】空隙形成材の形状が粒状であるとき、その平均粒径は、50～150 $\mu$ mであるのが好ましく、50～100 $\mu$ mであるのがより好ましい。平均粒径が下限値未満であると、空隙形成材の含有量によっては、空孔率が低下する場合がある。一方、平均粒径が上限値を超えると、得られる焼結体の大きさによっては、機械的強度が低下する場合がある。

【0045】また、さらに可塑剤が添加されていてもよい。この可塑剤としては、例えば、フタル酸エステル（例：DOP、DEP、DBP）、アジピン酸エステル、トリメリット酸エステル、セバシン酸エステル等が挙げられ、これらのうちの1種または2種以上を混合して用いることができる。

【0046】また、混練物中には、前記金属粉末、有機バインダー、空隙形成材、可塑剤の他に、例えば、酸化防止剤、脱脂促進剤、界面活性剤等の各種添加物を必要に応じ添加することができる。

【0047】混練条件は、用いる金属粉末の金属組成や粒径、有機バインダーの組成、空隙形成材の組成や形状、およびこれらの配合量等の諸条件により異なるが、その一例を挙げれば、混練温度：50～250℃程度、混練時間：20～210分程度とすることができる。混練物は、必要に応じ、ペレット（小塊）化される。ペレットの粒径は、例えば、1～15mm程度とされる。

【0048】次に、前記で得られた混練物または該混練物より造粒されたペレットを用いて、射出成形機により射出成形し、所望の形状、寸法の成形体を製造する。この場合、成形金型の選択により、複雑で微細な形状の成形体をも容易に製造することができる。

【0049】なお、製造される成形体の形状寸法は、以後の脱脂および焼結による成形体の収縮分を見込んで決定される。

【0050】射出成形の成形条件としては、用いる金属粉末の金属組成や粒径、有機バインダーの組成、空隙形成材の組成およびこれらの配合量等の諸条件により異なるが、その一例を挙げれば、材料温度は、好ましくは100～300℃程度、射出圧力は、好ましくは30～150kgf/cm<sup>2</sup>程度とされる。

【0051】このようにして得られた成形体の断面構造は、図2に示すように、有機バインダー10中に、金属粉末20、空隙形成材30がほぼ均一に分散した状態となる。

【0052】〔2A〕第1の脱脂処理  
前記工程〔1A〕で得られた成形体1に対し、分解開始温度の低い有機バインダー10についての脱脂処理を施す。

【0053】この第1の脱脂処理としては、特に限定されないが、非酸化性雰囲気、例えば真空または減圧状態（例えば $1 \times 10^{-1} \sim 1 \times 10^{-6}$ Torr）、あるいは窒素ガス、アルゴンガス等の不活性ガス中で、熱処理を行うことによりなされる。

【0054】この場合、第1の脱脂処理の条件としては、有機バインダー10の分解開始温度や、空隙形成材30の分解開始温度等によって異なるが、好ましくは温度150～550℃程度で0.5～36時間程度、より好ましくは温度250～520℃程度で1～24時間程度とされる。このようにして得られた第1の脱脂体の断面構造を図3に示した。

【0055】図3に示したように、有機バインダー10が存在していた部分が空隙40となる。また、空隙形成材30は、残存している。

【0056】また、この第1の脱脂処理中に空隙形成材30が軟化したり、その一部が除去されてもよく、また第1の脱脂処理の完了時点で、有機バインダー10の一部が残存していてもよい。

【0057】〔3A〕第2の脱脂処理  
前記工程〔2A〕で得られた有機バインダーの除去され

た第1の脱脂体2に対して、分解開始温度の高い空隙形成材30を除去する目的で、第2の脱脂処理を施す。

【0058】この第2の脱脂処理としては、特に限定されないが、非酸化性雰囲気、例えば真空または減圧状態（例えば $1 \times 10^{-1} \sim 1 \times 10^{-6}$ Torr）、あるいは窒素ガス、アルゴンガス等の不活性ガス中で、熱処理を行うことによりなされる。

【0059】この場合、第2の脱脂処理は、前述の第1の脱脂処理より、高温、長時間の熱処理であることが好ましい。その熱処理の温度、時間の条件は、空隙形成材30の分解開始温度等によって異なるが、好ましくは温度350～800℃程度で1～48時間程度、より好ましくは温度400～750℃程度で2～36時間程度とされる。

【0060】このようにして得られた第2の脱脂体の断面構造を図4に示した。

【0061】図4に示したように、第1の脱脂体での空隙40部分にて金属粉末20が凝集するとともに、空隙形成材30が熱分解で除去され、それが存在していた部分が空隙50となる。また、空隙50は、空隙40に比べて大きい。

【0062】なお、前述の第1の脱脂処理と第2の脱脂処理については、脱脂炉内の温度を連続的に変化させて行う等、連続して行ってもよい。

【0063】〔4A〕成形体の焼結  
以上のようにして得られた第2の脱脂体3を焼結炉で焼成して焼結し、焼結体を製造する。この焼結により、金属粉末20は、拡散、粒成長し、結晶粒となる。

【0064】焼結における焼結温度は、例えば、金属組成がNiまたはNi系合金の場合、好ましくは950～1500℃程度、より好ましくは1000～1450℃程度とされ、FeまたはFe系合金の場合、好ましくは1000～1500℃程度、より好ましくは1050～1450℃程度とされ、TiまたはTi系合金の場合、好ましくは950～1500℃程度、より好ましくは1000～1450℃程度とされる。

【0065】焼結時間は、前述したような焼結温度の場合、好ましくは0.5～8時間程度、より好ましくは1～5時間程度とされる。

【0066】また、焼結雰囲気は、特に限定されないが減圧（真空）下または非酸化性雰囲気とされるのが好ましい。これにより、金属の酸化による特性劣化を防ぐことができる。

【0067】好ましい焼結雰囲気としては、1Torr以下（より好ましくは $1 \times 10^{-2} \sim 1 \times 10^{-6}$ Torr）の減圧（真空）下、または1～760Torrの窒素ガス、アルゴンガス等の不活性ガス雰囲気、または1～760Torrの水素ガス雰囲気であるのが好ましい。

【0068】なお、焼結雰囲気は、焼結の途中で変化してもよい。例えば、最初に $1 \times 10^{-2} \sim 1 \times 10^{-6}$ Torr

の減圧（真空）下とし、途中で前記のような不活性ガスに切り替えることができる。

【0069】得られる焼結体の機械的強度は、得られる焼結体の使用用途等により、特に限定されないが、JIS Z 2241に準じて測定される引張強さで、例えば、金属組成がNiまたはNi系合金の場合、好ましくは22～46kg/mm<sup>2</sup>、より好ましくは27～46kg/mm<sup>2</sup>とされ、FeまたはFe系合金の場合、好ましくは15～84kg/mm<sup>2</sup>、より好ましくは21～84kg/mm<sup>2</sup>とされ、TiまたはTi系合金の場合、好ましくは30～63kg/mm<sup>2</sup>、より好ましくは42～63kg/mm<sup>2</sup>とされる。

【0070】得られる焼結体の空孔率は、特に限定されないが、10～50vol%であるのが好ましく、12～45vol%であるのがより好ましく、15～40vol%であるのがさらに好ましい。空孔率が下限値未満であると、例えば、得られる焼結体を含油軸受けとした場合、油の保持力が低下する。一方、空孔率が上限値を超えると、機械的強度が低下する場合がある。

【0071】このような空孔率を有する焼結体は、例えば、エンジンのシリンダー、含油軸受け、フィルター、多孔質セラミックスのような触媒担体等に利用することができる。また、高い空孔率、機械的強度を有することから、製品の軽量化にも利用することができる。

【0072】また、焼結は、2段階またはそれ以上で行ってもよい。例えば、焼結条件の異なる1次焼結と2次焼結を行うことができる。この場合、2次焼結の焼結温度を、1次焼結の焼結温度より高い温度とすることができる。

【0073】このようにして得られた焼結体の断面構造を図5に示した。図5に示したように、第2の脱脂体3で大きな空隙50だった部分がそのまま空孔70となり、かつ隣り合う金属粉末20間で、拡散が進行し、強固な結合が形成される。

【0074】このような空孔70は、連続しているもの（連続孔）でも、独立しているもの（独立孔）でもよいが、例えば、エンジンのシリンダー、含油軸受け、フィルターのような、用途上流体の通過を伴うもの場合は、連続孔であるのが好ましい。また、単に軽量化を目的とする場合などには、独立孔であってもよい。

【0075】なお、本発明においては、任意の目的で、工程[1A]の前工程、工程[1A]～[4A]の間に存在する中間工程、または工程[4A]の後工程が存在していてもよい。なお、後工程として、例えば、バリ取り、洗浄等を行ってもよい。

【0076】また、得られた焼結体4の表面全体に金メッキ、クロムメッキ、パラジウムメッキのような金属メッキ等の湿式メッキや、イオンプレーティング、スパッタリング、真空蒸着等の乾式メッキや、窒化処理のような表面硬化処理等の表面処理を加えてもよい。これによ

り、耐食性の向上等を図ることができる。

【0077】

【実施例】次に、本発明の焼結体の製造方法の具体的実施例について説明する。

05 【0078】（実施例1）原料粉末（金属粉末）として、ガスアトマイズ法により製造された平均粒径10μmのステンレス鋼（SUS316／組成：Fe-18wt%Cr-12wt%Ni-2.5wt%Mo合金）粉末を用いた。

10 【0079】空隙形成材として、ペレット状のポリブレンテフタレート粉末を粉砕、分級して平均粒径80μmのものを用いた。

【0080】この金属粉末：87wt%と、空隙形成材：4wt%に、ポリスチレン（PS）：2.4wt%、エチレン-酢酸ビニル共重合体（EVA）：2.7wt%およびパラフィンワックス：2.5wt%から構成される有機バインダーと、ジブチルフタレート（可塑剤）：1.4wt%とを混合し、これらを混練機にて100℃×1時間の条件で混練した。

20 【0081】次に、この混練物を粉砕、分級して平均粒径3mmのペレットとし、該ペレットを用い、射出成形機にて金属粉末射出成形（MIM）し、成形体（200個）を製造した。このとき成形体は、第1の脱脂処理、第2の脱脂処理、焼結時での収縮を考慮して、焼結体の寸法が平行部の幅10mm、平行部の長さ40mm、厚さ3mmの引張試験片形状となるように成形した。射出成形時における成形条件は、金型温度20℃、射出圧力80kgf/cm<sup>2</sup>であった。なお、成形体中における金属粉末の含有量は、約86.8wt%であった。

30 【0082】次に、この成形体に対し、脱脂炉を用いて第1の脱脂処理を行った。脱脂条件は、760Torr（常圧）の窒素雰囲気下で、450℃×1時間保持した。

【0083】さらに、この第1の脱脂体に対し、脱脂炉を用いて第2の脱脂処理を行った。脱脂条件は、760Torr（常圧）の窒素雰囲気下で、580℃×3時間保持した。

35 【0084】次に、この第2の脱脂体に対し、焼結炉を用いて焼結を行い、焼結体を得た。焼結条件は、760Torr（常圧）のアルゴンガス雰囲気中で1350℃×3時間とした。

40 【0085】（比較例1）金属粉末、有機バインダーおよび可塑剤は、実施例1と同一のものを用いた。これらの混合比は、金属粉末：91.7wt%、ポリスチレン（PS）：2.1wt%、エチレン-酢酸ビニル共重合体（EVA）：2.5wt%およびパラフィンワックス：2.3wt%から構成される有機バインダーと、ジブチルフタレート（可塑剤）：1.4wt%とを混合し、これらを混練機にて100℃×1時間の条件で混練した。なお、空隙形成材は、用いなかった。

50 【0086】次に、この混練物を粉砕、分級して平均粒



径3mmのペレットとし、該ペレットを用い、射出成形機にて金属粉末射出成形(MIM)し、成形体(200個)を製造した。このとき成形体は、脱脂処理、焼結時での収縮を考慮して、焼結体の寸法が平行部の幅10mm、平行部の長さ40mm、厚さ3mmの引張試験片形状となるように成形した。射出成形時における成形条件は、金型温度20℃、射出圧力80kgf/cm<sup>2</sup>であった。なお、成形体中における金属粉末の含有量は、約91.6wt%であった。

【0087】次に、この成形体に対し、脱脂炉を用いて脱脂処理を行った。脱脂条件は、760Torr(常圧)の窒素雰囲気下で、450℃×1時間保持した。

【0088】次に、この脱脂体に対し、焼結炉を用いて焼結を行い、焼結体を得た。焼結条件は、760Torr(常圧)のアルゴンガス雰囲気中で1350℃×3時間とした。

【0089】(比較例2)金属粉末として、ガスアトマイズ法により製造された平均粒径150μmのステンレス鋼(SUS316/組成:Fe-18wt%Cr-12wt%Ni-2.5wt%Mo合金)粉末を用いた。

【0090】この金属粉末:98.5wt%に、流動パラフィン:1.5wt%を有機バインダーとして添加し、これらを混合機にて50℃×30分の条件で混合した。

【0091】この混練物を10ton/cm<sup>2</sup>で成形し、成形体(200個)を得た。このとき成形体は、焼結時での収縮を考慮して、焼結体の寸法が平行部の幅1

0mm、平行部の長さ40mm、厚さ3mmの引張試験片形状となるように成形した。

【0092】つぎに、この焼結体に対し、焼結炉を用いて焼結を行い、焼結体を得た。なお、焼結温度と焼結時間を制御することにより、焼結を途中で止めた。これにより高空孔率を得ようとした。焼結条件は、20Torrの水素雰囲気中、1050℃×2時間とした。

【0093】(比較例3)1150℃×2時間の条件で焼結した以外は、比較例2と同様にして焼結体を作製した。

【0094】以上のようにして得られた焼結体について、空孔率、機械的強度および寸法精度の測定を行った。

【0095】空孔率の測定は、JIS Z 2505に準じて焼結密度を測定し、理論密度との比から空孔率を計算した。

【0096】また、機械的強度の評価として、引張強さの測定を行った。この引張強さの測定は、JIS Z 2241に準じて行った。

【0097】寸法精度は、それぞれ200個の焼結体の平行部幅(平均値)および厚さ(平均値)の寸法を測定し、設計値からの誤差を求めることにより行った。

【0098】これらの結果を表1に示した。

【0099】

【表1】

	空孔率 (vol%)	引張強さ (kg/mm <sup>2</sup> )	寸法精度(mm)	
			平行部幅	平行部厚さ
実施例1	33	40	10±0.07	3±0.04
比較例1	3	53	10±0.05	3±0.03
比較例2	18	22	10±1.0	3±0.3
比較例3	15	25	10±0.9	3±0.3

【0100】表1から明らかなように、本発明の焼結体の製造方法を用いて得られた焼結体1は、高い空孔率、機械的強度および寸法精度を有している。

【0101】これに対し、比較例1で得られた焼結体は、機械的強度は大きい、空孔率は、非常に低いものとなっている。

【0102】また、比較例2で得られた焼結体は、空孔率は比較的高いが、機械的強度は、非常に小さいものとなっている。

【0103】

【発明の効果】以上述べたように、本発明によれば、高空孔率、高機械的強度で、寸法精度の高い焼結体を製造することができる。また、高い空孔率を有するため、製造物の軽量化を図ることができる。

【0104】また、用いる金属粉末の種類を適宜選択す

ることにより、従来加工が困難とされた硬質材料や比較的高融点の材料に対しても、金属焼結体の用途、機能の拡大が図れる。

【0105】このような焼結体は、例えば、エンジンのシリンダー、含油軸受け、フィルター、多孔質セラミックスのような触媒担体等の製造に適用する場合、上記効果が特に有効に発揮される。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の金属焼結体の製造方法による第1実施形態を示す工程図である。

【図2】成形体製造時における成形体の断面構造(内部金属組織)を示す模式図である。

【図3】第1の脱脂後の成形体(第1の脱脂体)の断面構造(内部金属組織)を示す模式図である。

【図4】第2の脱脂後の成形体(第2の脱脂体)の断面

構造（内部金属組織）を示す模式図である。

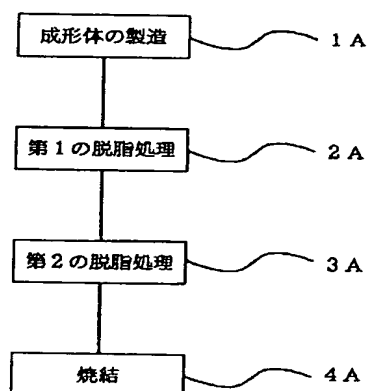
【図5】焼結体の断面構造（内部金属組織）を示す模式図である。

【符号の説明】

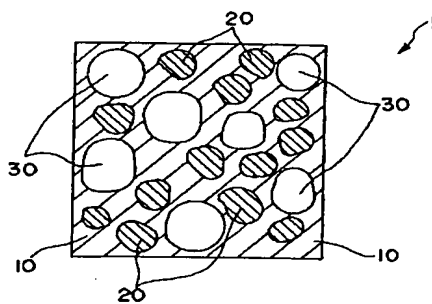
- 1 成形体
- 2 第1の脱脂体
- 3 第2の脱脂体
- 4 焼結体

- 10 有機バインダー
- 20 原料粉末（金属粉末）
- 30 空隙形成材
- 40 空隙
- 05 50 空隙
- 60 結晶粒
- 70 空孔
- 1A～4A 工程

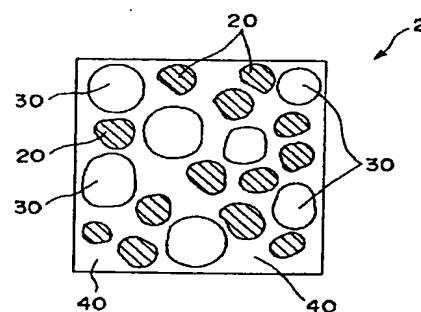
【図1】



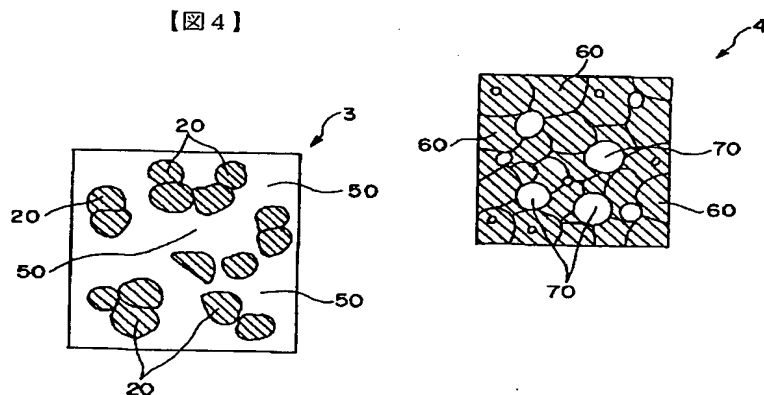
【図2】



【図3】



【図5】



フロントページの続き

(51)Int. Cl.<sup>7</sup>

C 2 2 C 1/08  
F 1 6 C 33/12  
33/14

識別記号

F I

C 2 2 C 1/08  
F 1 6 C 33/12  
33/14

テーマコード（参考）

F  
A  
A